

In re Appln. of Shimizu et al.  
Attorney Docket No. 215697

As a named inventor, I hereby appoint Leydig, Voit & Mayer, Ltd. to prosecute this application and transact all business in the Patent and Trademark Office connected therewith: Customer Number 23460.



**23460**

PATENT TRADEMARK OFFICE

I further direct that correspondence concerning this application be directed to Leydig, Voit & Mayer, Ltd.: Customer Number 23460.



**23460**

PATENT TRADEMARK OFFICE

I declare that all statements made herein of my own knowledge are true, that all statements made on information and belief are believed to be true, that these statements were made with the knowledge that willful false statements and the like so made are punishable by fine or imprisonment, or both, under Section 1001 of Title 18 of the United States Code, and that such willful false statements may jeopardize the validity of the application or any patent issued thereon.

Full name of sole or first inventor: Toshiyuki SHIMIZU

Inventor's signature Toshiyuki Shimizu

Date March 19, 2002

Country of Citizenship: Japan

Residence: Ohtsu-shi, Shiga, Japan  
(city/state or country)

Post Office Address: c/o Toyo Boseki Kabushiki Kaisha Research Center, 1-1, Katata 2-chome, Ohtsu-shi,  
Shiga, Japan  
(complete mailing address)

Full name of second joint inventor, if any: Yuji TADA

Inventor's signature Yuji Tada

Date March 19, 2002

Country of Citizenship: Japan

Residence: Tokushima-shi, Tokushima, Japan  
(city/state or country)

Post Office Address: c/o Otsuka Chemical Co., Ltd., Tokushima Research Laboratories, 463, Kagasuno,  
Kawauchi-cho, Tokushima-shi, Tokushima, Japan  
(complete mailing address)

# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



J1040 U.S. PTO  
10/073345  
02/13/02

## Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

**Aktenzeichen:** 101 07 228.7

**Anmeldetag:** 16. Februar 2001

**Anmelder/Inhaber:** Degussa AG, Düsseldorf/DE

**Bezeichnung:** Ruß, Verfahren zu seiner Herstellung und seine Verwendung

**IPC:** C 09 C 1/50

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 8. Oktober 2001  
Deutsches Patent- und Markenamt  
Der Präsident  
Im Auftrag

Brand

Ruß, Verfahren zu seiner Herstellung und seine Verwendung

Die Erfindung betrifft einen Ruß, ein Verfahren zu seiner  
5 Herstellung sowie seine Verwendung.

Die industriell wichtigsten Ruß-Herstellverfahren beruhen  
auf der oxidativen Pyrolyse von kohlenstoffhaltigen Rußroh-  
stoffen. Hierbei werden die Rußrohstoffe bei hohen  
Temperaturen in Anwesenheit von Sauerstoff unvollständig  
10 verbrannt. Zu dieser Klasse von Ruß-Herstellverfahren  
gehören zum Beispiel das Furnaceruß-Verfahren, das Gasruß-  
verfahren und das Flammruß-Verfahren. Als kohlenstoff-  
haltige Rußrohstoffe werden überwiegend mehrkernige  
aromatische Rußöle eingesetzt. Der Produktstrom der  
15 oxidativen Pyrolyse besteht aus einem Wasserstoff und  
Kohlenmonoxid enthaltenden Abgas und darin suspendiertem  
feinteiligen Ruß, der in einer Filteranlage vom Abgas  
abgetrennt wird. Der so gewonnene Ruß wird dann zur  
besseren Handhabung zum größten Teil in Naß- oder Trocken-  
20 granuliertverfahren als Perlruß konfektioniert. Die aus dem  
Herstellprozeß herrührende Feuchtigkeit des Rußes wird  
durch eine abschließende Trocknung auf unter 1 Gew.-%  
herabgesetzt.

Industriell hergestellte Ruße werden zu über 90 % als  
25 Füllstoff und als Verstärker bei der Herstellung von Gummi-  
mischungen eingesetzt. Ein wichtiges Einsatzgebiet sind  
hochgefüllte Dichtungsprofile im Automobilbau. Typische  
derartige Gummimischungen enthalten 20 bis 40 Gew.-%  
Synthesekautschuk, vorzugsweise EPDM, 20 bis 50 Gew.-% Ruß,  
30 Mineralöl und weitere Hilfsstoffe sowie Schwefel oder  
Peroxide als Vulkanisationsmittel.

Die Ruße beeinflussen mit ihren spezifischen Eigenschaften  
die Mischungsviskosität, die Spritzgeschwindigkeit und -  
quellung, die Füllstoffdispersion, die Härte, den

Compression Set und viele weitere Eigenschaften solcher Dichtungsprofile. Für solche Profilmischungen ist eine niedrige Spritzquellung, eine hohe Spritzgeschwindigkeit, eine gute Dispergierbarkeit bei vorgegebener Härte  
5 gefordert. Dies ermöglicht eine besonders wirtschaftliche Profilherstellung.

Eine wichtige Einflußgröße ist die spezifische Oberfläche, insbesondere die CTAB-Oberfläche, welche ein Maß für den kautschukwirksamen Oberflächenanteil des Rußes ist. Mit  
10 abnehmender CTAB-Oberfläche steigen Spritzgeschwindigkeit und Dispergierbarkeit.

Weitere wichtige Rußparameter sind die DBP-Absorption als Maßzahl für die Ausgangsstruktur und die 24M4-DBP-Absorption als Maß für die nach mechanischer Beanspruchung  
15 des Rußes noch verbleibende Reststruktur. Hohe DBP-Zahlen führen zu guter Dispergierbarkeit und niedriger Spritzquellung.

Für Profilmischungen sind Ruße geeignet, die CTAB-Oberflächen zwischen 10 und 50 m<sup>2</sup>/g und DBP-Absorptionswerte zwischen 80 und 160 ml/100 g aufweisen.  
20

Aus EP 0609433 sind Furnace-Ruße mit niedriger Iodzahl und hoher DBP-Werte bekannt.

Nachteil der bekannten Ruße, trotz niedriger spezifischer Oberflächen und hoher Struktur, ist die schlechte  
25 Dispergierbarkeit bei zunehmend kritischeren Rezepturen, die auf teilkristallinen EPDM-Typen basieren, und wirtschaftlich bedingt zunehmend kürzeren Mischzeiten.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, einen Ruß herzustellen, der in Gummiprofilmischungen bei hohen  
30 Füllgraden schneller und besser als herkömmliche Ruße dispergierbar ist und gleichzeitig eine schnelle Extrusion und niedrige Spritzquellung bewirkt.

- Gegenstand der Erfindung ist ein Ruß mit einer CTAB-Oberfläche von 10 bis 35 m<sup>2</sup>/g, vorzugsweise 10 bis 30 m<sup>2</sup>/g, und einer DBP-Absorption von 40 bis 180 ml/100g, vorzugsweise 70 bis 160 ml/100g, welcher dadurch
- 5 gekennzeichnet ist, daß der  $\Delta D_{50}$ -Wert der Aggregatgrößenverteilung größer 340 nm, vorzugsweise größer 400 nm, besonders bevorzugt größer 500 nm, ist. Alle Werte der Aggregatgrößenverteilung beziehen sich auf die Gewichtsverteilung.
- 10 Der M-Wert (Quotient aus  $D_w$  und  $D_{mode}$ ) der Aggregatgrößenverteilung kann größer 2, vorzugsweise größer 2,15, besonders bevorzugt größer als 2,3, sein. Die Standardabweichung der Aggregatgrößenverteilung kann größer 300 nm sein. Das D75%/25%-Verhältnis der
- 15 Aggregatgrößenverteilung kann größer 2,4 sein. Das  $\Delta DBP/DBP$ -Verhältnis kann größer 0,24, vorzugsweise größer 0,35, besonders bevorzugt größer 0,45, sein. Das  $\frac{\Delta DBP \cdot 100}{DBP^2}$ -Verhältnis kann größer
- 20 0,29 (ml/100g)<sup>-1</sup>, vorzugsweise größer 0,30 (ml/100g)<sup>-1</sup>, sein. Die Ruße können Furnaceruße sein.
- Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung des erfindungsgemäßen Rußes in einem Furnacerußreaktor, welcher längs der Reaktorachse eine
- 25 Verbrennungszone, eine Reaktionszone und eine Abbruchzone enthält, durch Erzeugen eines Stromes heißen Abgases in der Verbrennungszone durch vollständiges Verbrennen eines Brennstoffes in einem Sauerstoff enthaltenden Gas und Leiten des Abgases von der Verbrennungszone durch die
- 30 Reaktionszone in die Abbruchzone, Einmischen eines Rußrohstoffes in das heiße Abgas in der Reaktionszone und Abstoppen der Rußbildung in der Abbruchzone durch Einsprühen von Wasser, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß ein flüssiger und ein gasförmiger Rußrohstoff in der
- 35 Engstelle eingedüst werden. Die Rußrohstoffe können mittels

Radiallanzen eingedüst werden. Es können 2-64, vorzugsweise 8-32, besonders bevorzugt 12-16, Radiallanzen verwendet werden. Das Verhältnis Öl- zu Gas-Radiallanzen kann 4:1 bis 1:4, bevorzugt 1:1, betragen. Die Öl- und Gaslanzen können  
5 alternierend angeordnet sein. Die Eindringtiefe von Öl- und Gas-Radiallanzen kann dabei unterschiedlich sein.

Der flüssige Rußrohstoff kann durch Druck, Dampf, Preßluft oder den gasförmigen Rußrohstoff zerstäubt werden.

Bevorzugterweise können sowohl der gasförmige als auch der  
10 flüssige Rußrohstoff gleichzeitig an der Engstelle eingeführt werden.

Hierdurch befinden sich im Ruß Anteile, die aus dem Gas gebildet werden und solche die aus der Flüssigkeit gebildet werden.

15 Überraschenderweise bewirkt der Einsatz relativ kleiner Gasmengen als Rohstoff in der Engstelle eine deutliche Absenkung der spezifischen Oberfläche des Rußes. Spezifische Oberflächen kleiner  $20 \text{ m}^2/\text{g}$  sind somit bei moderaten Ölmengen relativ einfach und gritfrei  
20 erfindungsgemäß herzustellen. Zudem kann das Erdgas infolge anderer Pyrolysekinetik verglichen mit Rußöl eine besonders breite Aggregatgrößenverteilung bewirken.

Als Meßzahl zur Kennzeichnung des Luftüberschusses wird häufig der sogenannte K-Faktor verwendet. Es handelt sich  
25 bei dem K-Faktor um das Verhältnis der für eine stöchiometrische Verbrennung des Brennstoffes benötigten Luftmenge zu der tatsächlich der Verbrennung zugeführten Luftmenge. Ein K-Faktor von 1 bedeutet also eine stöchiometrische Verbrennung. Bei Luftüberschuß ist der K-Faktor kleiner 1.  
30 Dabei können wie bei bekannten Rußen K-Faktoren zwischen 0,2 und 0,9 angewendet werden. Bevorzugt kann mit K-Faktoren zwischen 0,2 und 0,5 gearbeitet werden.

Als flüssiger Rußrohstoff können flüssige aliphatische oder aromatische, gesättigte oder ungesättigte Kohlenwasserstoffe oder Mischungen hiervon, Destillate aus dem Steinkohlenteer oder Rückstandsöle, die beim

5 katalytischen Cracken von Erdölfraktionen beziehungsweise bei der Olefinherstellung durch Cracken von Naphtha oder Gasöl entstehen, eingesetzt werden.

Als gasförmiger Rußrohstoff können gasförmige aliphatische, gesättigte oder ungesättigte Kohlenwasserstoffe, Mischungen

10 hiervon oder Erdgas eingesetzt werden.

Das beschriebene Verfahren ist nicht auf eine bestimmte Reaktorgeometrie beschränkt. Es kann vielmehr auf verschiedene Reaktortypen und Reaktorgrößen angepaßt werden.

15 Als Rußrohstoff-Zerstäuber können sowohl reine Druckzerstäuber (Einstoffzerstäuber) als auch Zweistoffzerstäuber mit innerer oder äußerer Mischung eingesetzt werden, wobei als Zerstäubungsmedium der gasförmige Rußrohstoff verwendet werden kann. Die

20 vorstehend beschriebene Kombination eines flüssigen mit einem gasförmigen Rußrohstoff kann also zum Beispiel durch Verwendung des gasförmigen Rußrohstoffs als Zerstäubungsmedium für den flüssigen Rußrohstoff realisiert werden.

Es können zur Zerstäubung von flüssigem Rußrohstoff

25 Zweistoffzerstäuber eingesetzt werden. Während bei Einstoffzerstäubern eine Änderung des Durchsatzes auch zu einer Änderung der Tröpfchengröße führen kann, kann die Tröpfchengröße bei Zweistoffzerstäubern weitgehend unabhängig vom Durchsatz beeinflußt werden.

30 Bei gleichzeitiger Verwendung von Rußöl und gasförmigen Kohlenwasserstoffen, wie zum Beispiel Methan, als Rußrohstoff, können die gasförmigen Kohlenwasserstoffe getrennt

vom Rußöl über einen eigenen Satz von Gaslanzen in den Strom des heißen Abgases injiziert werden.

Der erfindungsgemäße Ruß kann als Verstärkerruß in Gummimischungen, insbesondere für Extrusionsprofile,  
5 verwendet werden.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung sind Kautschukmischungen, welche dadurch gekennzeichnet sind, daß sie Kautschuk, den erfindungsgemäßen Ruß, gegebenenfalls gefällte Kieselsäure, Organosilan und/oder  
10 weitere Kautschukhilfsmittel enthalten.

Für die Herstellung erfindungsgemäßer Kautschukmischungen eignen sich neben Naturkautschuk auch Synthetikautschuke. Bevorzugte Synthetikautschuke sind beispielsweise bei W. Hofmann, Kautschuktechnologie, Genter Verlag, Stuttgart  
15 1980, beschrieben. Sie umfassen u.a.

Polybutadien (BR)

Polyisopren (IR)

Styrol/Butadien-Copolymerisate mit Styrolgehalten von 1 bis 60, vorzugsweise 5 bis 50 Gew.-% (SBR)

20 Isobutylen/Isopren-Copolymerisate (IIR)

Butadien/Acrylnitril-Copolymere mit Acrylnitrilgehalten von 5 bis 60, vorzugsweise 10 bis 50 Gew. -% (NBR)

Ethylen/Propylen/Dien-Copolymerisate (EPDM)

sowie Mischungen dieser Kautschuke.

25 Die erfindungsgemäßen Kautschukmischungen können weitere Kautschukhilfsprodukte enthalten wie unter anderem Reaktionsbeschleuniger, -verzögerer, Alterungsschutzmittel, Stabilisatoren, Verarbeitungshilfsmittel, Weichmacher, Wachse, Metalloxide sowie Aktivatoren, wie Triethanolamin,



Polyethylenglykol, Hexantriol, die der Kautschukindustrie bekannt sind.

Die Kautschukhilfsmittel werden in üblichen Mengen, die sich unter anderem nach dem Verwendungszweck richten, eingesetzt. Übliche Mengen sind zum Beispiel Mengen von 0,1 bis 50 Gew.-% bezogen auf Kautschuk.

Als Vernetzer können Schwefel, organische Schwefelspender oder Radikalbildner dienen. Die erfindungsgemäßen Kautschukmischungen können darüber hinaus  
10 Vulkanisationsbeschleuniger enthalten.

Beispiele für geeignete Vulkanisationsbeschleuniger sind Mercaptobenzthiazole, Sulfenamide, Guanidine, Thiurame, Dithiocarbamate, Thioharnstoffe und Thiocarbonate.

Die Vulkanisationsbeschleuniger und Vernetzer können in  
15 Mengen von 0,1 bis 10 Gew.-%, bevorzugt 0,1 bis 5 Gew.-%, bezogen auf Kautschuk, eingesetzt werden.

Die Abmischung der Kautschuke mit dem Füllstoff, gegebenenfalls Kautschukhilfsmitteln und der Organosilane kann in üblichen Mischaggregaten, wie Walzen, Innenmischern  
20 und Mischextrudern, durchgeführt werden. Üblicherweise werden solche Kautschukmischungen im Innenmischern hergestellt, wobei zunächst in einer oder mehreren aufeinanderfolgenden thermomechanischen Mischstufen die Kautschuke, der erfindungsgemäße Ruß, gegebenenfalls die  
25 Kieselsäure und das Organosilane und die Kautschukhilfsmittel bei 100 bis 170°C eingemischt werden. Dabei kann sich die Zugabereihenfolge und der Zugabezeitpunkt der Einzelkomponenten entscheidend auf die erhaltenen Mischungseigenschaften auswirken. Die so  
30 erhaltene Kautschukmischung wird dann üblicherweise in einem Innenmischer oder auf einer Walze bei 40-110°C mit den Vernetzungschemikalien versetzt und zur sogenannten

Rohmischung für die nachfolgenden Prozeßschritte, wie zum Beispiel Formgebung und Vulkanisation, verarbeitet.

Die Vulkanisation der erfindungsgemäßen Kautschukmischungen kann bei Temperaturen von 80 bis 200°C, bevorzugt 130 bis 180°C, gegebenenfalls unter Druck von 10 bis 200 bar erfolgen.

Die erfindungsgemäßen Kautschukmischungen eignen sich zur Herstellung von Formkörpern, zum Beispiel für die Herstellung von Luftreifen, Reifenlaufflächen, Kabelmänteln, Schläuchen, Treibriemen, Förderbändern, Walzenbelägen, Reifen, Sohlen, Dichtungsringen, Profilen und Dämpfungselementen.

Der erfindungsgemäße Ruß hat die Vorteile einer verbesserten Dispersion, verminderter Spritzquellung und verbesserter Wirtschaftlichkeit durch hohe Füllgrade.

Die erfindungsgemäßen Ruße zeichnen sich in niedrig viskosen Gummimischungen durch besonders günstiges Dispersionsverhalten aus.

### Beispiele

Eine Reihe von erfindungsgemäßen Rußen wird in dem in Figur 1 dargestellten Rußreaktor hergestellt.

Figur 1 zeigt einen Längsschnitt durch den Furnacereaktor. Der Rußreaktor besitzt eine Brennkammer, in der das heiße Prozeßgas für die Pyrolyse des Rußöles durch Verbrennen von Erdgas unter Zufuhr von einem Überschuß an Luftsauerstoff erzeugt wird.

Die Zufuhr der Verbrennungsluft und des Brennstoffes erfolgt über die Öffnungen 1 in der Stirnwand der Brennkammer. Die Brennkammer läuft konisch auf die Engstelle zu. Der Rußrohstoff wird über Radiallanzen 2 in

der Engstelle eingedüst. Nach Durchqueren der Engstelle expandiert das Reaktionsgasgemisch in die Reaktionskammer.

In der Abbruchzone wird durch die Quenchwasser-Lanze 3 Wasser eingesprüht.

- 5 Die Abmessungen der verwendeten Reaktoren sind der folgenden Aufstellung zu entnehmen:

|                                                          | I       | II       |
|----------------------------------------------------------|---------|----------|
| Größter Durchmesser der Brennkammer:                     | 930 mm  | 1143 mm  |
| Länge der Brennkammer bis Engstelle:                     | 2127 mm | 1985 mm  |
| Länge des konischen Teils der Brennkammer:               | 1307 mm | 1180 mm  |
| Durchmesser der Engstelle:                               | 114 mm  | 260 mm   |
| Länge der Engstelle:                                     | 80 mm   | 320 mm   |
| Durchmesser der Reaktionskammer:                         | 875 mm  | 1400 mm  |
| Maximale Position der Quenchwasserlanze(n) <sup>1)</sup> | 9705 mm | 14750 mm |

<sup>1)</sup> gemessen vom Eintritt in die Engstelle (+: nach Eintritt  
-: vor Eintritt)

- 10 Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Ruße werden als Brennstoff Erdgas und ein Rußöl mit einem Kohlenstoffgehalt von 91,3 Gew.-% und einem Wasserstoffgehalt von 7,87 Gew.-% eingesetzt.

- Die Reaktorparameter für die Herstellung der erfindungsgemäßen Ruße sind in Tabelle 1 aufgeführt. Es werden 6 verschiedene Ruße hergestellt (Ruße R1 bis R6). Die Herstellbedingungen unterschieden sich insbesondere bezüglich der Menge des in der Engstelle injizierten Rußöles und Erdgases.
- 15

Die hergestellten Ruße werden vor der Charakterisierung und Einarbeitung in die Gummimischungen nach den üblichen Verfahren naß geperlt.

Tabelle 1:

5

| Reaktor                                   | I                  |      |      |      |      | II    |       |
|-------------------------------------------|--------------------|------|------|------|------|-------|-------|
| Reaktorparameter                          | Einheit            | R1   | R2   | R3   | R4   | R5    | R6    |
| Verbrennungsluft                          | Nm <sup>3</sup> /h | 1800 | 1800 | 1800 | 1800 | 6800  | 5300  |
| Temperatur der Verbrennungsluft           | °C                 | 492  | 490  | 496  | 520  | 640   | 520   |
| Brennstoff (Erdgas)                       | Nm <sup>3</sup> /h | 67   | 67   | 67   | 67   | 108   | 155   |
| Rußöl                                     | Kg/h               | 730  | 830  | 675  | 780  | 3950  | 3150  |
| Rußöl-Temperatur                          | °C                 | 148  | 116  | 118  | 121  | 170   | 170   |
| Erdgas in der Engstelle                   | Nm <sup>3</sup> /h | 10   | 10   | 10   | 10   | 140   | 160   |
| Additiv (K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ) | g/h                | -    | -    | 15   | -    | -     | -     |
| Quenchposition <sup>1)</sup>              | mm                 | 9705 | 8290 | 9705 | 8290 | 14750 | 14750 |

<sup>1)</sup> Gemessen vom Eintritt in die Engstelle

Die rußanalytischen Kenndaten der hergestellten Ruße werden nach folgenden Normen ermittelt und sind in Tabelle 2 aufgeführt:

|   |                      |                  |
|---|----------------------|------------------|
|   | CTAB-Oberfläche:     | ASTM D-3765      |
| 5 | Jodzahl              | ASTM D 1510      |
|   | STSA                 | ASTM D 4820/5816 |
|   | DBP-Absorption:      | ASTM D-2414      |
|   | 24M4-DBP-Absorption: | ASTM D-3493      |

Der  $\Delta$ DBP-Wert wird berechnet durch Subtraktion des 24M4-DBP-Absorption-Wertes von dem DBP-Absorption-Wert.

Zur Messung der Aggregatgrößenverteilungskurven wird eine Scheibenzentrifuge BI-DCP mit Rotlicht-Diode der Firma Brookhaven verwendet. Dieses Gerät wird speziell für die Bestimmung von Aggregatgrößenverteilungskurven von feinteiligen Feststoffen aus Extinktionsmessungen entwickelt und ist mit einem automatischen Meß- und Auswertungsprogramm zur Ermittlung der Aggregatgrößenverteilung ausgerüstet.

Zur Durchführung der Messungen wird zunächst eine Dispersionslösung aus 200 ml Ethanol, 5 Tropfen Ammoniaklösung und 0,5 g Triton X-100 und Auffüllen mit demineralisiertem Wasser auf 1000 ml hergestellt. Weiterhin wird eine Spinflüssigkeit aus 0,5 g Triton X-100, 5 Tropfen Ammoniaklösung und Auffüllen mit demineralisiertem Wasser auf 1000 ml angefertigt.

Danach werden 20 mg Ruß mit 20 ml Dispersionslösung versetzt und in einem Kühlbad für die Dauer von 4,5 Minuten mit 100 Watt Ultraschalleistung (80% Pulse) in der Lösung suspendiert.

Vor Beginn der eigentlichen Messungen wird die Zentrifuge 30 Minuten bei einer Drehzahl von  $11000 \text{ min}^{-1}$  betrieben. In die sich drehende Scheibe wird 1 ml Ethanol eingespritzt und danach vorsichtig mit 15 ml Spinflüssigkeit unterschichtet. Nach etwa einer Minute werden 250  $\mu\text{l}$  der Rußsuspension eingespritzt und das Meßprogramm des Gerätes gestartet und die Spinflüssigkeit in der Zentrifuge mit 50  $\mu\text{l}$  Dodecan überschichtet. Von jeder zu messenden Probe wird eine Doppelbestimmung vorgenommen.

- 10 Die Auswertung der Rohdatenkurve erfolgt dann mit dem Rechenprogramm des Gerätes unter Berücksichtigung der Streulichtkorrektur und mit automatischer Basislinien-Anpassung.

Der  $\Delta D_{50}$ -Wert ist die Breite der

- 15 Aggregatgrößenverteilungskurve bei der halben Peakhöhe. Der  $D_w$ -Wert ist der Gewichtsmittelwert der Aggregatgrößenverteilung. Der  $D_{\text{mode}}$ -Wert ist die Aggregatgröße mit der größten Häufigkeit (Peakmaximum der Aggregatgrößenverteilungskurve). Der M-Wert ist der
- 20 Quotient aus  $D_w$  und  $D_{\text{mode}}$ . Das  $D_{75\%}/25\%$ -Verhältnis berechnet sich aus dem Quotienten des Teilchendurchmessers bei dem 75% der Teilchen kleiner und 25 % der Teilchen größer sind und dem Teilchendurchmesser bei dem 25% der Teilchen kleiner und 75% größer sind, bezogen auf die Summen-
- 25 Gewichtsaggregatgrößenverteilung.

Tabelle 2:

| Ruß                                   |                         | I    |      |      |      | II   |      |
|---------------------------------------|-------------------------|------|------|------|------|------|------|
|                                       |                         | R1   | R2   | R3   | R4   | R5   | R6   |
| CTAB                                  | m <sup>2</sup> /g       | 20   | 17   | 19   | 25   | 18   | 18   |
| Jodzahl                               | mg/g                    | 18   | 16   | 16   | 24   | 14   | 14   |
| STSA                                  | m <sup>2</sup> /g       | 19   | 16   | 18   | 24   | 16   | 16   |
| DBP                                   | ml/100g                 | 141  | 118  | 79   | 149  | 131  | 138  |
| CDBP                                  | ml/100g                 | 76   | 76   | 60   | 79   | 73   | 75   |
| ΔDBP                                  | ml/100g                 | 65   | 42   | 19   | 70   | 68   | 73   |
| ΔDBP/DBP                              |                         | 0,46 | 0,36 | 0,24 | 0,47 | 0,52 | 0,53 |
| $\frac{\Delta DBP \times 100}{DBP^2}$ | (ml/100g) <sup>-1</sup> | 0,33 | 0,30 | 0,30 | 0,32 | 0,40 | 0,38 |
| D <sub>w</sub>                        | nm                      | 523  | 555  | 558  | 429  | 511  | 497  |
| D <sub>mode</sub>                     | nm                      | 153  | 161  | 317  | 195  | 223  | 213  |
| M-Wert                                |                         | 3,42 | 3,45 | 2,2  | 2,94 | 2,29 | 2,33 |
| Δ D50                                 | nm                      | 576  | 621  | 512  | 437  | 398  | 350  |
| s                                     | nm                      | 307  | 326  | 287  | 267  | 304  | 317  |
| D 75%/25%                             |                         | 2,54 | 2,57 | 2,58 | 2,48 | 2,45 | 2,49 |

## Patentansprüche

1. Ruß mit einer CTAB-Oberfläche von 10 bis 35 m<sup>2</sup>/g und einer DBP-Absorption von 40 bis 180 ml/100g, dadurch gekennzeichnet, daß der  $\Delta D_{50}$ -Wert der  
 5     Aggregatgrößenverteilung größer 340 nm ist.
2. Ruß nach Anspruch 1,  
 dadurch gekennzeichnet,  
 daß der M-Wert der Aggregatgrößenverteilung größer 2  
 ist.
- 10   3. Ruß nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die  
 Standardabweichung der Aggregatgrößenverteilung größer  
 300 nm ist.
4. Ruß nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß D 75  
 %/25 %-Verhältnis der Aggregatgrößenverteilung größer  
 15     2,4 ist.
5. Ruß nach Anspruch 1,  
 dadurch gekennzeichnet,  
 daß das  $\Delta DBP/DBP$ -Verhältnis größer 0,35 ist.
6. Ruß nach Anspruch 1,  
 20     d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t ,  
 daß das  $\frac{\Delta DBP \cdot 100}{DBP^2}$  - Verhältnis größer 0,29 (ml/100g)<sup>-1</sup>  
 ist.
7. Verfahren zur Herstellung des Rußes nach Anspruch 1 in  
 25     einem Furnacerußreaktor, welcher längs der Reaktorachse  
 eine Verbrennungszone, eine Reaktionszone und eine  
 Abbruchzone enthält, durch Erzeugen eines Stromes heißen  
 Abgases in der Verbrennungszone durch vollständiges  
 Verbrennen eines Brennstoffes in einem Sauerstoff  
 30     enthaltenden Gas und Leiten des Abgases von der  
 Verbrennungszone durch die Reaktionszone in die



- Abbruchzone, Einmischen eines Rußrohstoffes in das heiße Abgas in der Reaktionszone und Abstoppen der Rußbildung in der Abbruchzone durch Einsprühen von Wasser, dadurch gekennzeichnet, daß ein flüssiger und gasförmiger Rußrohstoff in der Engstelle eingedüst werden.
- 5
8. Verfahren zur Herstellung des Rußes nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß man den Rußrohstoff mittels Radiallanzen eindüst.
9. Verwendung des Rußes nach Anspruch 1 als Verstärkerruß
- 10 in Gummimischungen.
10. Verwendung des Rußes nach Anspruch 1 als Verstärkerruß in Extrusionsprofilen.
11. Kautschukmischungen, dadurch gekennzeichnet, daß sie Kautschuk, den Ruß gemäß Anspruch 1, gegebenenfalls
- 15 gefällte Kieselsäure, Organosilan und/oder weitere Kautschukhilfsmittel enthalten.

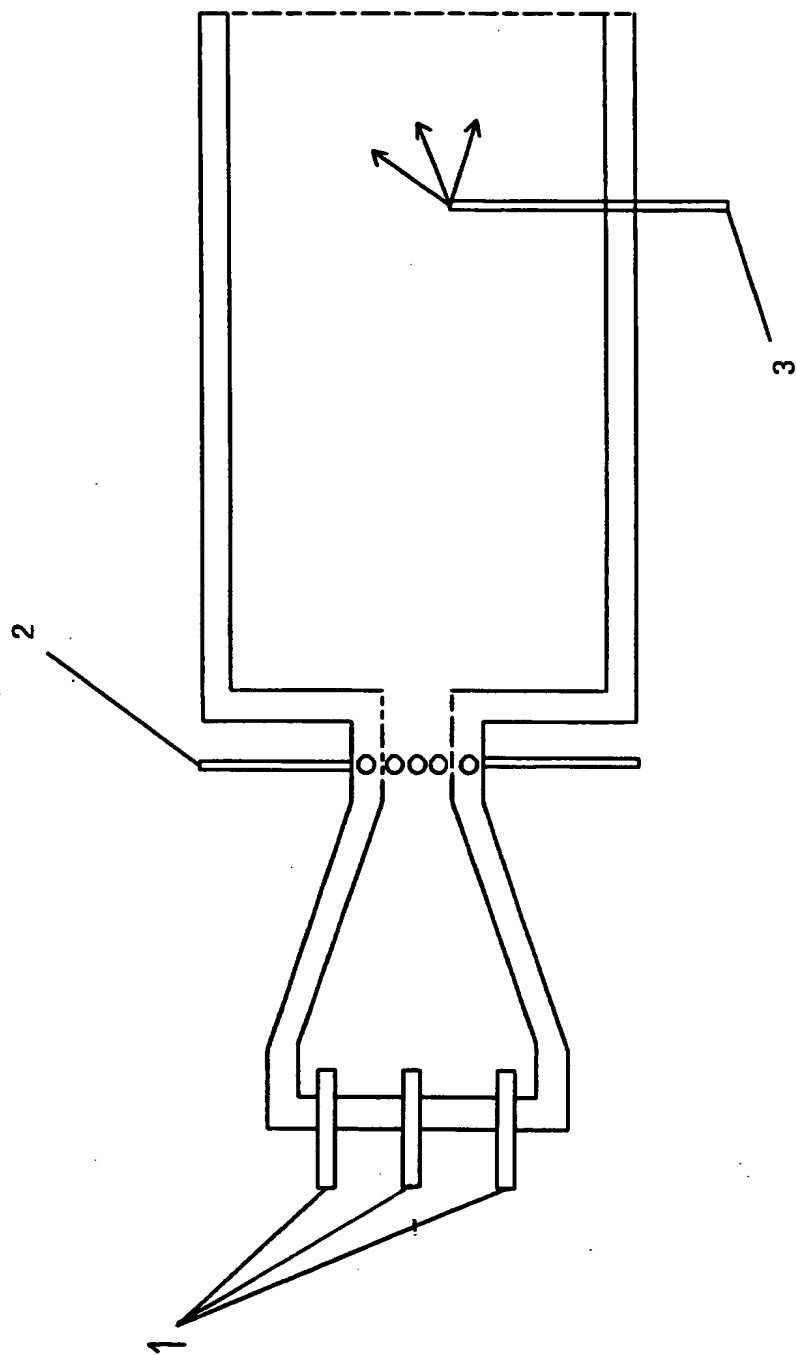
Zusammenfassung

Ruß, Verfahren zu seiner Herstellung und seine Verwendung

Die Erfindung betrifft Ruß mit einer CTAB-Oberfläche von 10  
5 bis 35 m<sup>2</sup>/g und einer DBP-Absorption von 40 bis 180  
ml/100g, wobei der  $\Delta D_{50}$ -Wert größer 340 nm ist.

Der Ruß wird hergestellt in einem Furnacerußreaktor, indem  
ein flüssiger und gasförmiger Rußrohstoff in der Engstelle  
eingedüst werden.

- 10 Die Ruße können in Kautschukmischungen, insbesondere in  
Extrusionsprofilen, verwendet werden.



Figur 1